

CLIPPEDIMAGE= JP411035924A  
PAT-NO: JP411035924A  
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 11035924 A  
TITLE: CUTOFF SEALING MATERIAL

PUBN-DATE: February 9, 1999

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

TACHIBANA, KATSUHIKO  
ANDO, MASAHIKO  
TOKUNAGA, YASUYUKI  
MATSUNAGA, MANABU  
KURIO, YUTAKA

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

NITTO DENKO CORP

COUNTRY

N/A

APPL-NO: JP09193572

APPL-DATE: July 18, 1997

INT-CL (IPC): C09K003/12; C09J167/02 ; C09J169/00 ;  
C09J175/06 ; C09K003/10

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To improve cut-off performance by constituting a multilayered pressure sensitive adhesive construction having as the outermost layer a pressure sensitive adhesive layer of a polymer of a polycarbonate structure having a specific recurring unit on at least one surface of a foamed structure having closed cells and/or open cells.

SOLUTION: The outermost layer of a multilayered pressure sensitive adhesive construction is composed of a pressure sensitive adhesive composition containing a polymer of a polycarbonate structure having a recurring unit of the formula (wherein R is a 2-20C hydrocarbyl group). As the polymer is preferably employed a polyester from polycarbonate diol and

a dicarboxylic acid  
in particular, and the wt. average mol.wt. is preferably  
10,000 or higher and  
more preferably 30,000 or higher. Moreover this pressure  
sensitive adhesive  
composition is preferably subjected to crosslinking  
treatment to be free of  
tack. A pressure sensitive adhesive of an underlayer is  
selected from pressure  
sensitive adhesives with high durability such as rubber  
type and acrylic  
pressure sensitive adhesives. The material does not suffer  
from deterioration  
of the surficial layer and can maintain excellent  
sealability after application  
for a long period of time at a high temperature.

COPYRIGHT: (C)1999, JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-35924

(43) 公開日 平成11年(1999) 2月9日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

C 0 9 K 3/12

C 0 9 K 3/12

C 0 9 J 167/02

C 0 9 J 167/02

169/00

169/00

175/06

175/06

C 0 9 K 3/10

C 0 9 K 3/10

Z

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号

特願平9-193572

(22) 出願日

平成9年(1997) 7月18日

(71) 出願人 000003964

日東電工株式会社

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号

(72) 発明者 橘 克彦

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東  
電工株式会社内

(72) 発明者 安部 雅彦

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東  
電工株式会社内

(72) 発明者 徳永 森之

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東  
電工株式会社内

(74) 代理人 弁理士 林△ぎ▽元 邦夫

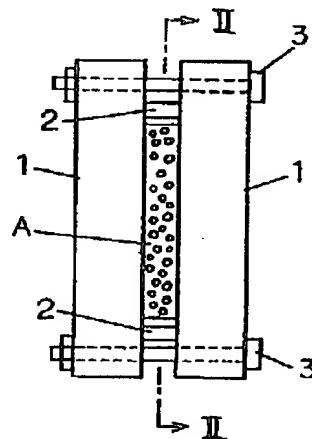
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 止水シール材

(57) 【要約】

【課題】 独立気泡または独立気泡と連続気泡との両気泡を有する発泡構造体を定型の止水シール材として有効に使用可能にすること、とくにシール性に格段にすぐれた上記止水シール材を提供することを目的とする。

【解決手段】 独立気泡または独立気泡と連続気泡との両気泡を有する発泡構造体の少なくとも一方の面に、ポリカーボネート構造を持つポリマーを含む粘着剤組成物からなる層を最表面に有する多層構造の粘着剤層を設けることにより、止水シール材Aを構成する。



A : 試料 (止水シール材)

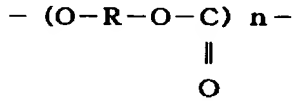
1 : アクリル板

2 : スペース

3 : ボルト・ナット

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 独立気泡または独立気泡と連続気泡との両気泡を有する発泡構造体の少なくとも一方の面に、つぎの式；



(Rは炭素数2～20の直鎖状または分枝状の炭化水素基である)で表わされる繰返し単位を有するポリカーボネート構造を持つポリマーを含む粘着剤組成物からなる層を最表面に有する多層構造の粘着剤層が設けられていることを特徴とする止水シール材。

【請求項2】 発泡構造体の一方の面にポリカーボネート構造を持つポリマーを含む粘着剤組成物からなる層を最表面に有する多層構造の粘着剤層が設けられているとともに、反対側の面に上記の粘着剤組成物とは異なる粘着剤層が設けられている請求項1に記載の止水シール材。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、独立気泡または独立気泡と連続気泡との両気泡を有する発泡構造体を用いた定型の止水シール材に関する。

## 【0002】

【従来の技術】ゴム発泡体は、すぐれたクツシヨン性を有し、クツシヨン材、パット材などの用途に有用である。発泡構造体における独立気泡と連続気泡とを比較すると、前者は気泡間が立体格子状に隔壁で仕切られた構造であるのに対して、後者は上記仕切られた一連の気泡間の隔壁が除去された構造であり、後者の方が力学的に変形させやすい。しかし、連続気泡は止水作用を全く期待できないのに対し、独立気泡は気泡間の隔壁のために反発力による止水作用を期待できる。

【0003】独立気泡と連続気泡との両気泡を有する発泡構造体(以下、半独半連の発泡構造体ということもある)は、連続気泡に基づく易変形性による複雑な間隙への充填作業の容易性と、独立気泡に基づく止水性とともに期待できるため、複雑な間隙に充填して使用する定型の止水シール材として適している。

【0004】しかし、独立気泡の発泡構造体や半独半連の発泡構造体を止水シール材として使用する場合、時間の経過により、発泡構造体としての反発力が緩和され、これに伴って発泡構造体と被着体界面との接触面圧が低下し、この界面沿いに水漏れが発生して、止水機能を果たさなくなることがある。この問題の解決のため、発泡構造体の両面に粘着剤層を設けて、被着体界面を接着シールする方法が考えられている。しかるに、粘着剤層としてアクリル系またはゴム系の一般の粘着剤を用いると、これらの粘着剤は組み付けと同時に接着力を発現するため、位置直しが難しく、シール作業に支障をきた

しやすい。

【0005】そこで、本発明者らは、独立気泡の発泡構造体や半独半連の発泡構造体に設ける粘着剤層として、ポリカーボネート構造を持つポリマーを主成分としたものを用いることにより、この粘着剤層がタツクを持たないため、直ちには接着せず、したがって、位置直しが容易で組み付け作業を支障なく行うことができ、しかも組み付け後は発泡構造体の反発力によつて徐々に接着し、発泡構造体の表面と止水する部位の界面とのシール性が著しく高まることを知り、これを特願平8-232108号に係る発明として、既に提案している。

## 【0006】

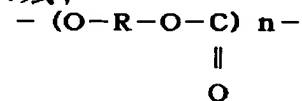
【発明が解決しようとする課題】しかしながら、本発明者らの引き続き研究によると、上記提案の止水シール材であつても、高温での長期使用という厳しい条件下では、その使用中にシール性がしだいに低下する場合があることを知った。本発明は、このような事情に照らし、上記提案の止水シール材をさらに改良して、シール性に一段とすぐれた定型の止水シール材を得ることを目的としている。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記の目的に対し、鋭意検討した結果、高温下での長期使用という厳しい条件下では、発泡構造体の種類により、この構造体中のある種の成分がポリカーボネート構造を持つポリマーを主成分とした粘着剤層に移行する現象がみられ、これに起因して上記粘着剤層が劣化して接着性の低下が起こり、これに伴いシール性が低下してくることを究明した。

【0008】本発明者らは、この究明に基づき、さらに検討を加えた結果、発泡構造体上にポリカーボネート構造を持つポリマーを主成分とした特定の粘着剤層を設けるにあたり、その下層としてゴム系やアクリル系などの他の粘着剤層を設けるようにしたときに、上層粘着剤層の非タツク性により組み付け作業などの改善をはかれる一方、下層粘着剤層により発泡構造体からの移行成分が阻止されて、上層粘着剤層の劣化を回避でき、その際、下層粘着剤層に上記成分が移行してもそれによる劣化などの不利益はとくにみられず、結局、上層粘着剤層単独の場合よりもシール性がより向上し、とくに高温下での長期使用という厳しい条件下でも高いシール性が得られることを知り、本発明を完成するに至つた。

【0009】すなわち、本発明は、独立気泡または独立気泡と連続気泡との両気泡を有する発泡構造体の少なくとも一方の面に、つぎの式；

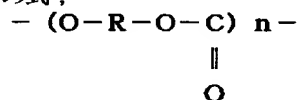


(Rは炭素数2～20の直鎖状または分枝状の炭化水素基である)で表わされる繰返し単位を有するポリカー

ボネート構造を持つポリマーを含む粘着剤組成物からなる層を最表面に有する多層構造の粘着剤層が設けられていることを特徴とする止水シール材（請求項1）に係るものである。また、本発明は、上記発泡構造体の一方の面にポリカーボネート構造を持つポリマーを含む粘着剤組成物からなる層を最表面に持つ多層構造の粘着剤層が設けられているとともに、反対側の面に上記の粘着剤組成物とは異なる粘着剤層が設けられている上記構成の止水シール材（請求項2）を提供できるものである。

【0010】

【発明の実施の形態】本発明において多層構造の粘着剤層の最表面には、つぎの式；

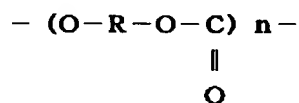


（Rは炭素数2～20の直鎖状または分枝状の炭化水素基である）で表わされる繰り返し単位を有するポリカーボネート構造を持つポリマーを含む粘着剤組成物が用いられる。ここで、上記のポリカーボネート構造を持つポリマーの分子量は、重量平均で1万以上、好ましくは3万以上、より好ましくは5万以上（通常30万まで）であるのがよい。

【0011】上記のポリマーには、ポリカーボネートジオール（またはその誘導体）とジカルボン酸とから合成されるポリエステル、ポリカーボネートジカルボン酸とジオールとから合成されるポリエステル、ポリカーボネートジオールとジイソシアネートとから合成されるポリウレタンなどがあり、とくにポリカーボネートジオールとジカルボン酸とから合成されるポリエステルが好ましい。

【0012】このポリエステルは、ポリカーボネートジオールを必須としたジオール成分と炭素数が2～20の脂肪族または脂環族の炭化水素基を分子骨格とするジカルボン酸を必須としたジカルボン酸成分とを、常法にしたがい、無触媒または適宜の触媒を用いてエステル化反応させることにより、得られるものである。この反応に際し、ジオール成分とジカルボン酸成分とは、得られるポリエステルの分子量が前記範囲となるように、当量反応とするのが望ましいが、エステル化反応を促進するために、どちらかを過剰に用いて反応させてもよい。

【0013】ここで用いられるポリカーボネートジオールは、つぎの式；



（Rは炭素数2～20の直鎖状または分枝状の炭化水素基である）で表わされる繰り返し単位を有するジオールで、数平均分子量は、400以上、好ましくは900以上（通常1万まで）であるのがよい。具体的には、ポリヘキサメチレンカーボネートジオール、ポリ（3-メチ

ルベンテンカーボネート）ジオール、ポリプロピレンカーボネートジオール、これらの混合物や共重合物などがある。市販品としては、ダイセル化学工業（株）製の「PLACCEL CD205PL」、「同CD208PL」、「同CD210PL」、「同CD220PL」、「同CD205HL」、「同CD208HL」、「同CD210HL」、「同CD220HL」などが挙げられる。

【0014】ジオール成分としては、必要により、エチレングリコール、プロピレングリコール、ブタンジオール、ヘキサジオール、オクタンジオール、デカンジオール、オクタデカンジオールなどの直鎖状のジオールや分枝状のジオールなどを併用してもよい。これらのジオールは、ジオール成分全体の50重量%以下、好ましくは30重量%以下の使用量とするのがよい。また、ポリマーを高分子量化するために、3官能以上のポリオール成分を少量添加してもよい。

【0015】また、ジカルボン酸成分は、炭素数が2～20の脂肪族または脂環族の炭化水素基を分子骨格としたもので、上記の炭化水素基が直鎖状のものでも分枝状のものであってもよい。具体的には、コハク酸、メチルコハク酸、アジピン酸、ヒメリツク酸、アゼライン酸、セバシン酸、1,12-ドデカン二酸、1,14-テトラデカン二酸、テトラヒドロフタル酸、エンドメチレンテトラヒドロフタル酸、これらの酸無水物や低級アルキルエステルなどが挙げられる。

【0016】本発明では、通常、このようなポリエステルをはじめとするポリカーボネート構造を持つポリマーを適宜の手段で架橋処理して、耐熱性などの耐久性にすぐれたタツクのない粘着剤組成物とすることができる。架橋方法は任意でよいが、一般に、ポリエステルなどのポリマーに含まれる水酸基および／またはカルボキシル基と反応しうる官能基を有する化合物を添加して反応させる、いわゆる架橋剤を用いる方法が望ましい。架橋剤には、ポリイソシアネート化合物、エポキシ化合物、アジリジン化合物、金属キレート化合物、金属アルコキシド化合物などがあるが、とくにポリイソシアネート化合物が好ましく用いられる。

【0017】ポリイソシアネート化合物としては、エチレンジイソシアネート、ブチレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネートなどの低級脂肪族ポリイソシアネート類、シクロベンチレンジイソシアネート、シクロヘキシレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネートなどの脂環族ポリイソシアネート類、2,4-トリレンジイソシアネート、4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネートなどの芳香族ポリイソシアネート類などがあり、そのほかに、トリメチロールアロパンのトリレンジイソシアネート付加物やヘキサメチレンジイソシアネート付加物なども用いられる。

【0018】これらの架橋剤は、その1種を単独でまたは2種以上の混合系で使用できる。使用量は、架橋すべきポリエステルなどのポリマーとのバランスにより、また粘着剤組成物の使用目的により、適宜選択される。一般には、ポリエステルなどのポリマー100重量部に対して、0.5〜5重量部の割合とするのがよく、これによりシール性を発揮するための接着性を取り付け作業を容易にするためのタックフリーとのバランス特性に好結果が得られる。

【0019】最表面に用いられる上記の粘着剤組成物には、従来公知の各種の粘着付与剤を配合してもよい。粘着付与剤の配合により、接着力と耐久性などのバランスがとりやすくなることもある。また、無機または有機の充填剤、金属粉、顔料などの粉体、粒子状物、箔状物などの従来公知の各種の添加剤を任意に配合できる。さらに、老化防止剤の添加により、耐久性の向上を図るようにしてもよい。

【0020】本発明において多層構造の粘着剤層の下層、つまり最表面を構成する上記のポリカーボネート構造を持つポリマーを含む粘着剤組成物からなる層の内側には、上記粘着剤組成物とは異なる各種の粘着剤を使用することができる。たとえば、ゴム系粘着剤、アクリル系粘着剤、シリコン系粘着剤、ウレタン系粘着剤、ビニルアルキルエーテル系粘着剤、ポリビニルアルコール系粘着剤、ポリビニルピロリドン系粘着剤、ポリアクリルアミド系粘着剤、セルロース系粘着剤などが挙げられる。この下層粘着剤層は、上記の最表面層を保持し、かつその劣化を防ぐためのものであり、この点より、ゴム系粘着剤やアクリル系粘着剤が好ましく、とくに耐久性にすぐれるアクリル系粘着剤が好ましい。

【0021】ゴム系粘着剤は、天然ゴム、ポリイソブレンゴム、スチレン-イソブレン-スチレンブロック共重合体ゴム、スチレン-ブタジエン-スチレンブロック共重合体ゴム、再生ゴム、スチレン-ブタジエン共重合体ゴム、ポリイソブチレン、アクリロニトリル-ブタジエン共重合体ゴム(NBR)などのゴム系ポリマーをベースポリマーとしたものであり、チウラム加硫やフェノール樹脂加硫などの架橋処理により、凝集力を適度に制御したものが好ましく用いられる。

【0022】アクリル系粘着剤は、アルキル基の炭素数が4〜18の(メタ)アクリル酸アルキルエステルと必要によりこれと共重合可能な他の不飽和単量体を、公知の方法によりラジカル重合させて得られるアクリル系重合体をベースポリマーとしたものである。ここで、上記の(メタ)アクリル酸アルキルエステルとは、 $n$ -ブチル基、 $t$ -ブチル基、アミル基、2-エチルヘキシル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ラウリル基、ステアシル基などの炭素数が4〜18のアルキル基を有する(メタ)アクリル酸のアルキルエステルであり、アルキル基の炭素数が上記範囲外となると、粘着性などが損

なわれやすい。

【0023】また、共重合可能な不飽和単量体には、(メタ)アクリル酸、(無水)マレイン酸、イタコン酸、フマル酸、クロトン酸などの不飽和カルボン酸類、ヒドロキシエチル基、ヒドロキシプロピル基、グリシジル基などの官能性有機基を持つ(メタ)アクリル酸系エステル類、アルキル基の炭素数が前記範囲外の(メタ)アクリル酸アルキルエステル類、酢酸ビニルやアロピオン酸ビニルなどのビニル系エステル類、スチレンや $\alpha$ -メチルスチレンなどのスチレン誘導体類、ビニルピロリドン、(メタ)アクリロニトリル、(メタ)アクリルアミド、 $N$ -メチロール(メタ)アクリルアミドなどがある。これらの使用量は、主モノマーであるアルキル基の炭素数が4〜18の(メタ)アクリル酸アルキルエステル100重量部あたり、不飽和カルボン酸類では20重量部以下、これ以外の他の不飽和単量体では50重量部以下とするのが望ましい。

【0024】アクリル系粘着剤は、上記のアクリル系重合体を架橋処理して接着特性を向上させたものが好ましく用いられる。架橋処理は、エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールジ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレートなどの多官能性不飽和単量体を共重合させて内部架橋させる方式、上記のアクリル系重合体にイソシアネート系化合物、エポキシ系化合物、過氧化物系化合物、キレート系化合物などの架橋剤を加え、この架橋剤により外部架橋する方式、電子線や紫外線などの放射線を照射して架橋する方式などにより、行うことができる。

【0025】このようなゴム系粘着剤やアクリル系粘着剤などからなる下層用粘着剤には、必要により、天然または合成の樹脂類、粘着付与剤、可塑剤、軟化剤、ガラス繊維やガラスビーズ、金属粉や炭酸カルシウム、クレ-やその他の無機粉末などの充填剤、顔料、着色剤、老化防止剤など、粘着剤に通常使用される各種の添加剤を配合することができる。これらの添加剤の中でも、粘着付与剤は、接着力を向上させる場合に有用であり、とくに好ましく用いられる。

【0026】本発明に用いられる発泡構造体は、独立気泡または連続気泡と独立気泡の両気泡を有するものであれば、公知の各種のものを使用できる。この発泡構造体の製造には、天然ゴムまたは合成ゴム(クロロプレンゴム、エチレン-プロピレン-ターポリマーなど)、加硫剤、発泡剤、充填剤などをバンバリーミキサや加圧ニーダなどの混練り機で混練したのち、カレンダー、押し出し機、コンベアベルトキヤステイングなどにより連続的に混練しつつシート状、ロッド状に成形し、これを加熱して加硫、発泡させ、さらに必要によりこの加硫発泡体を所定形状に裁断加工する方法や、天然ゴムまたは合成ゴム、加硫剤、発泡剤、充填剤などをミキシングロールな

どで混練し、この混練組成物をバッチ式により、型で加硫、発泡ならびに成形する方法などを使用することができる。

【0027】本発明の止水シール材は、このような発泡構造体上に、上記のゴム系粘着剤やアクリル系粘着剤などからなる厚さが通常2～100 $\mu$ mの下層を設け、この上にさらに上記のポリカーボネート構造を持つポリマーを含む粘着剤組成物からなる厚さが通常2～100 $\mu$ mの上層を設けるようにしたものである。また、その際、上記の下層をさらに2層以上の構成として、全体として3層以上の多層構造としてもよく、要は、上記特定の粘着剤組成物からなる層が最表面となる構成であればよい。さらに、このような多層構造の粘着剤層は、上記発泡構造体の片面だけでなく、必要により両面に設けるようにしてもよい。なお、各層の形成は、発泡構造体上に直接塗布、乾燥する以外に、あらかじめ剥離ライナ上に各層を形成して、これを発泡構造体上に順次貼り合わせる方法でもよい。

【0028】このように設けられる多層構造の粘着剤層は、最表面を構成する粘着剤組成物がそれ自体タックを有しないため、取り付け時の位置直しが容易であり、取り付け作業性にすぐれている。また、取り付け後は発泡構造体の反発力によつて徐々に接着して、発泡構造体の表面と止水する部位の界面とのシール性を高め、しかも\*

#### <発泡構造体の配合組成>

|                   |      |
|-------------------|------|
| エチレン・プロピレン・ターポリマー | 100部 |
| 亜鉛華               | 5部   |
| ステアリン酸            | 1部   |
| カーボン              | 40部  |
| ポリエチレン            | 20部  |
| 重質炭酸カルシウム         | 180部 |
| ポリブテン             | 40部  |
| 硫黄                | 2部   |
| メルカプトベンゾチアゾール     | 1部   |
| ジエチルジチオカルバミン酸亜鉛   | 2部   |
| アゾジカルボン酸アミド       | 13部  |

【0032】一方、アクリル酸2-エチルヘキシル90部とアクリル酸10部を、アゾビスイソブチロニトリル0.2部とトルエン200部を用いて、60℃で5時間ラジカル重合させて、アクリル系重合体を含む溶液を得た。これに、アクリル系重合体100部あたり、架橋剤としてトリメチロールプロパンのヘキサメチレンジイソシアネート付加物〔日本ポリウレタン(株)製の「コロネートHL」〕2部を配合し、よく攪拌混合して、アクリル系粘着剤を調製した。

【0033】これとは別に、四つ口セバラブルフラスコに攪拌機、温度計および水分離管を付し、これに、ポリカーボネートジオール〔ダイセル化学工業(株)製の「PLACCEL CD220PL」〕、水酸基価：55.4KOHmg/g)500g、セバシン酸50g、触※50

\*その際、下層粘着剤層が最表面の上層粘着剤層をうまく保持してその劣化、とくに発泡構造体からの移行成分による劣化を防ぐため、高温下での長期使用という厳しい条件下でも高いシール性を発現することになる。

【0029】また、上記の多層構造の粘着剤層を発泡構造体の片面にのみ設ける場合には、発泡構造体の反対側の面に、前記したゴム系粘着剤やアクリル系粘着剤などの汎用の粘着剤からなる層を設けることもできる。この場合、通常はその上に剥離ライナが貼り合わされ、取り付け時に片面側の最表面がタックを有しない多層構造の粘着剤層を利用して位置決めを行い、その後、反対面側の上記剥離ライナを引き剥がして接着シールする方法などをとることができる。

#### 【0030】

【実施例】つぎに、本発明の実施例を記載して、さらに具体的に説明する。なお、以下において、部とあるのは重量部を意味するものとする。

#### 【0031】実施例1

下記の配合組成物をミキシングロールで混練し、この混練物をオープンで160℃、30分の条件で加熱して加硫発泡させ、オープンから取り出し、冷却後、加圧法により、気泡の一部を破泡させて半独半連の発泡構造体を得た。この発泡構造体の比重は0.11g/mlであつた。

※媒としてのジブチルチンオキサイド123mgを仕込み、反応水排出溶剤としての少量のトルエンの存在下、攪拌を開始しながら180℃まで昇温し、この温度で保持した。しばらくすると、水の流出分離が認められ、反応が進行しはじめた。約50時間反応を続けて、重量平均分子量4.7万のポリエステルを得た。このポリエステル100部(固形分)に対し、架橋剤としてトリメチロールプロパンのヘキサメチレンジイソシアネート付加物〔日本ポリウレタン(株)製の「コロネートHL」〕を2部(固形分)添加し、よく攪拌混合して、ポリエステル系粘着剤を調製した。

【0034】上記の半独半連の発泡構造体、アクリル系粘着剤およびポリエステル系粘着剤を用いて、以下の要領により、止水シール材を作製した。まず、剥離ライナ

上にアプリーケーターによりアクリル系粘着剤を塗布、乾燥して、厚さが50 $\mu$ mおよび150 $\mu$ mの2種のアクリル系粘着剤層を形成した。また、上記と同様にして、剥離ライナ上にポリエステル系粘着剤を塗布、乾燥して、厚さが30 $\mu$ mのポリエステル系粘着剤層を形成した。つぎに、上記の半独半連の発泡構造体の片面側に、上記の厚さが50 $\mu$ mのアクリル系粘着剤層を貼り付け、その上にさらに上記の厚さが30 $\mu$ mのポリエステル系粘着剤層を貼り付けて、2層構造の粘着剤層を設けた。さらに、この粘着剤層とは反対側に、上記の厚さが150 $\mu$ mのアクリル系粘着剤層を貼り付けて、止水

#### 【0035】実施例2

##### <発泡構造体の配合組成>

|                   |      |
|-------------------|------|
| エチレン・プロピレン・ターポリマー | 40部  |
| ブチルゴム             | 60部  |
| 亜鉛華               | 5部   |
| ステアリン酸            | 3部   |
| カーボン              | 50部  |
| 重質炭酸カルシウム         | 50部  |
| プロセスオイル           | 20部  |
| 硫黄                | 0.5部 |
| メルカプトベンゾチアゾール     | 1部   |
| ジエチルジチオカルバミン酸亜鉛   | 1部   |
| キノンジオキシム          | 0.5部 |
| キノンモノオキシム         | 0.5部 |
| アゾジカルボン酸アミド       | 20部  |

【0037】上記の実施例1～3の各止水シール材について、止水試験として、下記の方法により、U字止水試験および高圧流水止水試験を行った。これらの試験結果は、後記の表1に示されるとおりであった。

【0038】<U字止水試験>止水シール材を、厚さ10mm、幅10mmの四角形断面のひも状に加工して、試料Aとした。この試料Aを、図1および図2に示すように、U字型にし、2枚のアクリル板1、1で挟み、スペーサ2による間隔保持のもとで、アクリル板1、1間をボルト・ナット3で締結した。試料Aの厚さ方向の圧縮率は、スペーサ2の厚さによつて調節するようにした。

【0039】このようにボルト・ナット3で締結したのち、図3に示すように、試料AのU字型内に水頭h=100mmで水4を入れた。また、ボルト・ナット3の締結後、80℃の雰囲気下に168時間放置したのち、室温に戻し、上記と同様に試料AのU字型内に水頭h=100mmで水4を入れた。前者を組み付け直後、後者を80※

\*剥離ライナ上に実施例1で調製したポリエステル系粘着剤を塗布、乾燥して、厚さが5 $\mu$ mのポリエステル系粘着剤層を形成した。このポリエステル系粘着剤層を、2層構造の粘着剤層の上層用として使用した以外は、実施例1と同様にして、止水シール材を作製した。

#### 【0036】実施例3

下記の配合組成物をミキシングロールで混練し、この混練物をオープンで160℃30分の条件で加熱して加硫発泡させ、独立気泡の発泡構造体を得た。この発泡構造体の比重は0.10g/cm<sup>3</sup>であつた。つぎに、この独立気泡の発泡構造体を、実施例1の半独半連の発泡構造体に代えて、使用した以外は、実施例1と同様にして、止水シール材を作製した。

\*

※℃×168時間後のU字止水試験として、試料Aの厚さ方向の圧縮率を何%としたときに、止水可能であるかどうかを調べた。

【0040】<高圧流水止水試験>止水シール材を、厚さ10mm、外径100mm、内径80mmのドーナツ状に加工して、試料Bとした。この試料Bを、図4および図5に示すように、アクリル板1とアクリル成形体5で挟み、ボルト部分に通したスペーサ2による間隔保持のもとで、アクリル板1とアクリル成形体5間をボルト・ナット3で締結した。試料Bの厚さ方向の圧縮率は、スペーサ2の厚さによつて調節した。このようにボルト・ナット3で締結したのち、300mmの距離から80kgf/cm<sup>2</sup>の圧力で止水シール材の部分めがけて、3分間水を当てた。試料Bの厚さ方向の圧縮率を何%としたときに、止水可能であるかどうかを調べた。

#### 【0041】



表1

|      | U字止水試験   |            | 高圧流水止水試験             |
|------|----------|------------|----------------------|
|      | 組み付け直後   | 80℃×168時間後 |                      |
| 実施例1 | 10%圧縮で止水 | 10%圧縮で止水   | 50%圧縮で漏水<br>60%圧縮で止水 |
| 実施例2 | 10%圧縮で止水 | 10%圧縮で止水   | 50%圧縮で漏水<br>60%圧縮で止水 |
| 実施例3 | 10%圧縮で止水 | 10%圧縮で止水   | 10%圧縮で止水             |

【0042】上記の表1の結果から明らかなように、本発明の実施例1～3の各止水シール材は、いずれも、発泡構造体の低い圧縮率で良好な止水性が得られており、経時とともに反発力が緩和しても止水性が低下することはない、高圧の流水に対しても高い止水性を示していることがわかる。

【0043】なお、発泡構造体の片面側にアクリル系粘着剤層を設けた従来構成の止水シール材は、上記より高い圧縮率、たとえばU字止水試験（80℃×168時間後）で90%圧縮率としても、漏水がみられるというように、低いシール性を示し、また発泡構造体の両面側にアクリル系粘着剤層を設けた止水シール材は、シール性は良好（10～20%圧縮で止水可）であったが、表面タツクにより位置直しが難しく、シール作業にしばしば支障をきたした。これに対し、実施例1～3の各止水シール材は、2層構造の粘着剤層の最表面がタツクを有し

【0044】なおまた、実施例1、3の止水シール材において、2層構造の粘着剤層に代えて、下層（厚さが50μmのアクリル系粘着剤層）を省き、上層（厚さが30μmのポリエステル系粘着剤層）だけの単層構造とした止水シール材を作製して、その性能を上記同様に調べてみた。その結果、実施例3に対応する独立気泡の発泡構造体を用いたもので、高圧流水止水試験で「30%圧縮で漏水、40%圧縮で止水」となり、本発明のものに

【0045】また、80℃×168時間後のU字止水試験よりもさらに厳しい条件として、ボルト・ナット3の締結後、80℃の雰囲気中に60日間放置したのちに、上記同様にしてU字止水試験を行ってみた。その結果、上記の単層構造とした止水シール材では、実施例1に対応する半独半連の発泡構造体を用いたもので50%圧縮で止水、実施例3に対応する独立気泡の発泡構造体を用いたもので30%圧縮で止水できたのに対し、実施例1、3の止水シール材では、いずれも、10%圧縮で十\*50

\*分に止水可能であり、上記の単層構造としたものに比べて、止水シール性をさらに一段と向上できるものであることがわかった。

#### 【0046】

【発明の効果】以上のように、本発明は、独立気泡または連続気泡と独立気泡の両気泡を有する発泡構造体に最表面がポリカーボネート構造を持つポリマーを主成分とした特定の粘着剤組成物からなる多層構造の粘着剤層を設けるようにしたことにより、最表面がタツクがないため、取り付け作業を容易に行え、しかも取り付け後は発泡構造体の反発力によつて徐々に接着し、発泡構造体表面と被着体界面とのシール性にすぐれ、とくに下層粘着剤層により発泡構造体からの移行成分が阻止されて、最表面の粘着剤層の劣化が回避され、高温下での長期使用という厳しい条件下でも高いシール性を発揮する止水シール材を得ることができる。また、片面に上記多層構造の粘着剤層を設け、反対面に汎用のゴム系粘着剤やアクリル系粘着剤からなる粘着剤層を設けたものでは、上記利点を失うことなく、上記汎用の粘着剤の特徴をも生かすことが可能である。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】止水シール材のU字止水試験の装置構成を示す側面図である。

【図2】図1におけるII-II線断面図である。

【図3】図1および図2の装置構成におけるU字型試料（止水シール材）内に水を入れた状態を示す断面図である。

【図4】止水シール材の高圧流水止水試験の装置装置を示す側面図である。

【図5】図4におけるV-V線断面図である。

#### 【符号の説明】

A、B 試料（止水シール材）

1 アクリル板

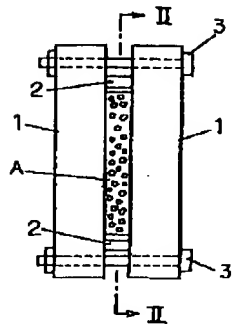
2 スペーサ

3 ボルト・ナット

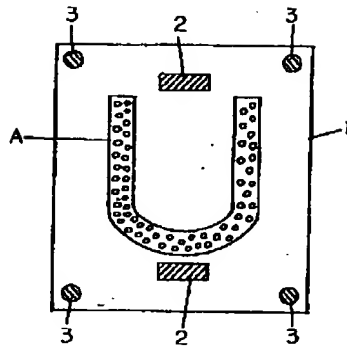
4 水

## 5 アクリル成形体

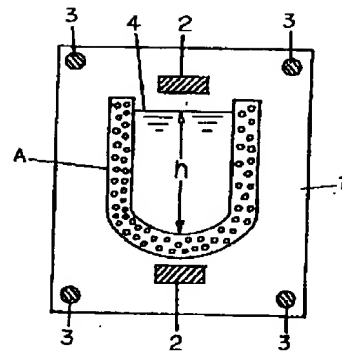
【図1】



【図2】



【図3】



4 : 水

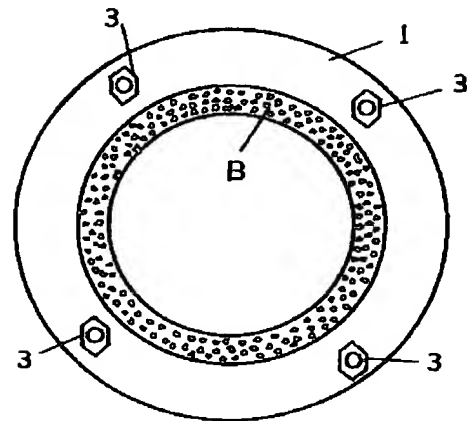
A : 試料 (止水シール材)

1 : アクリル板

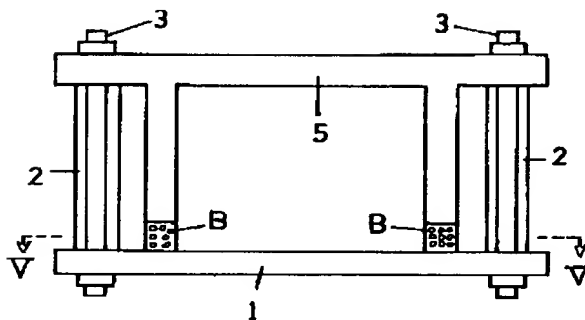
2 : スペース

3 : ボルト・ナット

【図5】



【図4】



B : 試料 (止水シール材)

5 : アクリル成形体

フロントページの続き

(72)発明者 松永 学  
大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東  
電工株式会社内

(72)発明者 栗生 豊  
大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東  
電工株式会社内